

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-074081

(43)Date of publication of application : 19.03.1996

(51)Int.Cl.

(21)Application number : 06-206504

(71)Applicant : TOKUYAMA CORP

(22)Date of filing : 31.08.1994

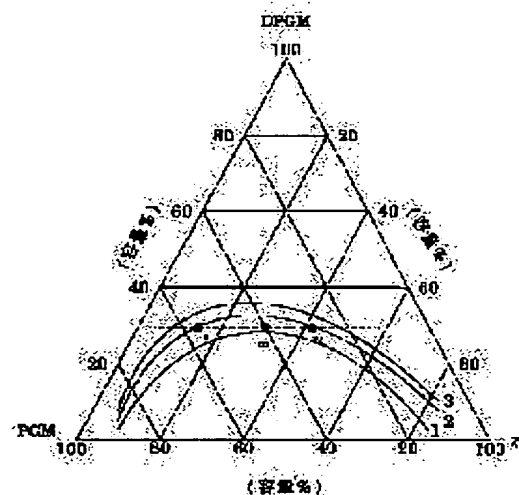
(72)Inventor : BABA HIDEJI
ASADA EIJI

(54) METHOD FOR CLEANING ARTICLE

(57)Abstract:

PURPOSE: To develop a method for cleaning an article without causing ignition, without any waste rinsing water and capable of saving the energy needed to recover oil.

CONSTITUTION: A mixture of org. solvent and water having the composition capable of reversibly forming a homogeneous phase and two phases by the temp. change, e.g. a cleaning agent consisting of 10-60vol.% ethylene glycol monobutyl ether and 90-60vol.% water, is used. An article deposited with oil is cleaned at a temp. where the agent forms a homogeneous phase, and then the cleaned article is rinsed with water or a liq. mixture of water and org. solvent at a temp. where the agent forms two phases. The separated org. phase contg. oil is appropriately drawn off.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

26.07.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-740

(43) 公開日 平成8年(1996)

(51) Int. Cl.⁶

C 23 G 5/02

B 08 B 3/08

C 11 D 7/26

識別記号

片内整理番号

P I

技術:

A 2119-3B

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全)

(21) 出願番号 特願平6-206504

(22) 出願日 平成6年(1994)8月31日

(71) 出願人 000003182

株式会社トクヤマ

山口県徳山市御影町1番1号

(72) 発明者 馬場 秀治

山口県徳山市御影町1番1号 株

クヤマ内

(72) 発明者 浅田 英治

山口県徳山市御影町1番1号 株

クヤマ内

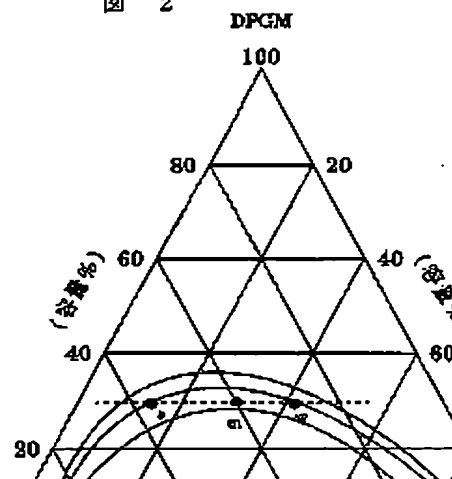
(54) 【発明の名称】 物品の洗浄方法

(57) 【要約】

【目的】 引火性がなく、すすぎ排水が出ず、かつ油分の回収に要するエネルギーを省力化できる洗浄方法を開発する。

【構成】 温度変化によって均一相および二相を可逆的に形成しうる組成で混合されてなる有機溶剤と水との混合物。例えば、エチレングリコールモノブチルエーテル 10～60 容量%と水 90～40 容量%よりなる洗浄剤を用い、該洗浄剤が均一相を形成する温度において油分の付着した物品を洗浄し、次いで該洗浄剤が二相を形成する温度において、洗浄された物品を水または水と有機溶剤の混合液ですすぐ。油を含んで相分離する有機相は、適宜抜き出す。

図 2



(2)

特開平8-74081

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】温度変化によって均一相および二相を可逆的に形成しうる組成で混合されてなる有機溶剤と水の混合物よりなる洗浄剤を用い、該洗浄剤が均一相を形成する温度において油分の付着した物品を洗浄し、次いで、該洗浄剤が二相を形成する温度において、二相に分離したときの水相の組成よりも水リッチである有機溶剤と水の混合液または水で物品をすすぐことを特徴とする物品の洗浄方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、金属部品等に付着する油脂、電子部品等に付着するフラックスや指紋等の油分を洗浄する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】金属部品、電子部品、半導体部品等の物品の脱脂洗浄には、不燃性で発火の危険性がないこと、洗浄力に優れていること等の理由から、フロン系溶剤あるいはハロゲン系溶剤が使用されてきた。しかし、最近、地球環境の破壊問題から、界面活性剤、アルカリを主成分とする水系洗浄剤、炭化水素系洗浄剤、アルコール系溶剤、あるいは第三石油炭化水素を界面活性剤を用いて水に分散した準水系洗浄剤への転換が進んでいる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、水系洗浄剤を用いた洗浄方法においては、洗浄剤が徐々に油分に汚染され洗浄力が低下するために、定期的に新しい洗浄剤を補給し、洗浄剤を更新していかなければならない。また洗浄に使用した後の洗浄廃液中には、被洗浄物に付着していた油分その他、界面活性剤、アルカリ等の成分の濃度が高いので、産業廃液として焼却する等の処理が必要である。さらに洗浄後は被洗浄物のすすぎを十分に行わなければならないが、すすぎ液も洗浄剤、油分の持ち込みによって汚染されるために、汚れの再付着を防ぐためにすすぎ液も連続的に排出するか、定期的に交換しなければならない。すすぎ廃液は洗浄剤や油分の濃度は低いが多いので、凝集沈澱や活性汚泥など高価な設備が必要となる。また、炭化水素系洗浄剤、アルコール系洗浄剤はいずれも可燃性溶剤であって、高い引火性をもち、発火の危険性を有している。さらに、準水系洗浄剤を用いた洗浄方法は水系洗浄剤を用いた方法と同様に洗浄廃液の処理問題がある。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は、鋭意研究を重ねた結果、ある種の有機溶剤と水との混合物が、特定の組成において、ある温度範囲では均一な液であるのに、その温度範囲を外れると有機溶剤を多く含む相（以下、有機相と略す。）と水を多く含む相（以下、水相と略す。）の二相に分かれること、さらにこれら二相のう

2

ち、油分のはほとんどが有機相に存在することを見いだした。またこれらの有機溶剤は単独では引火点を有するが、水と均一相を形成した状態では引火点を有さないことを見出し、本発明を完成するに至った。

【0005】即ち、本発明は、温度変化によって均一相および二相を可逆的に形成しうる組成で混合されてなる有機溶剤と水の混合物よりなる洗浄剤を用い、該洗浄剤が均一相を形成する温度において油分の付着した物品を洗浄し、次いで、該洗浄剤が二相を形成する温度において、二相に分離したときの水相の組成よりも水リッチである有機溶剤と水の混合液または水で物品をすすぐことを特徴とする物品の洗浄方法である。

【0006】本発明に用いる有機溶剤は、ある温度及び組成を満足する領域において水と二相を形成するが、その領域を外れた領域において水と均一相を形成するものであれば、公知の有機溶剤を何ら制限なく用いる。特に本発明においては、洗浄操作の簡便性から洗浄温度を常温～水の沸点までの範囲とすることが好ましく、したがって、その温度範囲内での温度変化によって水と均一相および二相の形成を可逆的に繰返す有機溶剤を好適に使用できる。具体的には、一般に温度40～100℃、および、有機溶剤の組成が5～80容量%の領域内において水と二相を形成し、温度および有機溶剤の組成のいずれか一方が上記範囲を外れると水と均一相を形成する有機溶剤を好適に使用しうる。

【0007】本発明において好適に使用しうる有機溶剤を具体的に例示すると、例えば、ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノエチルエーテルアセテート等のアルキレングリコールアルキルアセテート；エチレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールジメチルエーテル、ジプロピレングリコールジエチルエーテル、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル等のアルキレングリコールアルキルエーテル等を挙げることができ、これらは単独もしくは混合して用いられる。

【0008】これらの有機溶剤のなかでも、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテルとジプロピレングリコールモノメチルエーテルの混合液、ジプロピレングリコールモノブチルエーテルとトリプロピレングリコールモノメチルエーテルの混合液、

50

(3)

特開平8-74081

3

ジブロピレングリコールジメチルエーテルとジブロピレングリコールモノメチルエーテルの混合液等が油脂、鉱油、フラックスなどの油分の脱脂性が良好であるために好適に使用できる。

【0009】図1にエチレングリコールモノn-ブチルエーテルと水との相平衡図を示した。エチレングリコールモノn-ブチルエーテルと水との混合物において、エチレングリコールモノn-ブチルエーテルが10～57容量%の範囲、且つ温度が49～128℃の領域Aにおいて、これら二成分は二相に分離する。しかし、組成および温度のいずれか一方が上記の範囲を外れた領域Bでは、これら二成分は均一相を形成する。具体的には、エチレングリコールモノn-ブチルエーテル50容量%と水50容量%の組成Mの混合物は40℃では領域Bに属しており、均一相を形成する。この混合物の温度を70℃まで上げると、領域Aに入り、二相に分離する。このとき、水相の組成はWとなり、有機相の組成はSとなる。

【0010】また、三成分系の場合も同様である。図2にプロピレングリコールモノブチルエーテル、ジブロピレングリコールモノメチルエーテルおよび水の三成分系の相平衡図を示した。図2中、曲線1、2および3は、それぞれ40℃、60℃、80℃の各温度における相平衡曲線であり、各相平衡曲線の上側の領域においては均一相を形成し、下側の領域において二相に分離する。ここで、プロピレングリコールモノブチルエーテル40容量%、ジブロピレングリコールモノメチルエーテル30容量%、水30容量%の組成mの混合物は、40℃の相平衡曲線1の上側の領域に属し、40℃では均一相を形成している。この混合物を60℃に加熱すると、60℃の相平衡曲線2の下側の領域に入り、二相に分離する。このとき、水相の組成はwであり、有機相の組成はsである。

【0011】上記した有機溶剤は、水と均一相を形成したときにおいても良好な脱脂性を有しており、洗浄剤として十分に機能し、また、上記した組成において引火性を有さないことを本発明者らは確認した。

【0012】本発明においては、有機溶剤と水とが温度変化によって均一相と二相を可逆的に形成しうる組成範囲に調整されたものが洗浄剤として使用される。そして、有機溶剤と水との混合物よりなる洗浄剤が均一相を形成する温度、一般には40～100℃で、油分の付着した物品の洗浄に上記の洗浄剤が使用される。洗浄方法は、公知の方法を何等制限なく採用することができる。例えば、洗浄剤中に油分の付着した物品を浸漬する方法、油分の付着した物品に洗浄剤をシャワー、スプレーする方法等を採用することができる。このとき超音波洗浄、揺動、攪拌等の手段を併用すると効果的である。

【0013】物品から除去された油分は、洗浄剤中に飽和量溶解し、それ以上は洗浄剤とは別の相を形成する。

4

洗浄に使用された洗浄剤は、油水分離槽に送られ、そこで、相分離した油が除去され洗浄に再使用される。洗浄温度は、油分の洗浄力向上のために温度が高いほど好ましく、一般には水との均一相を形成する最高温度を採用することが好ましい。

【0014】本発明に使用する洗浄剤には、相分離温度の調整、洗浄力向上のために第三成分を加えることができる。例えば、エタノール、メタノール、IPA等の低級アルコール；エチレングリコール、エチレングリコールメチルエーテル、エチレングリコールエチルエーテル等の多価アルコール類；酢酸メチル、酢酸エチル等のエステル類を添加することによって、相分離温度を上昇させることができるため、高温での洗浄が可能になる。これらの第三成分の添加量は0、1～10容量%の範囲であることが好適である。

【0015】また、洗浄力向上のための第三成分としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、ケイ酸ナトリウム等のアルカリ剤；ベンゾトリアゾール、トリトリアゾール等の防食剤；グルコン酸、エチレンジアミン四酢酸又はこれらの塩からなるキレート剤；アルキルベンゼンスルホン酸、エチレングリコールアルキルエーテル等の界面活性剤；ある種のアミン例えばフェニル-β-ナフチルアミン、或いはフェノール誘導体であるジ-tert-ブチル-p-クレゾール等の酸化防止剤を挙げることができ、これらの成分の添加量は0、0.05～5重量%の範囲であることが好ましい。

【0016】洗浄を終えた物品は、次に該洗浄剤が二相を形成する温度において、二相に分離したときの水相の組成よりも水リッチである有機溶剤と水の混合液または水ですすぎられる。すすぎ液は、洗浄剤がすすぎ温度において二相に分離したときの水相の組成よりも水リッチであれば、有機溶剤と水との混合液であってもよく、また、水単味であってもよい。すすぎ温度において洗浄剤が二相に分離したときの水相の組成よりもすすぎ液が有機溶剤リッチのときは、すすぎ液自身がすすぎ温度において二相に分離する。このとき、物品に付着してすすぎ工程に持ち込まれる洗浄剤に溶解した油分は、二相に分離した相の内、有機相に溶解する。すすぎ液からの油分の除去のためには有機相全部を除去することが容易であるが、これを行うとすすぎ液の内、分離した有機相全部を除去しなければならず、すすぎ液の無駄な使用となり好ましくない。

【0017】すすぎ液は長時間の使用により、物品に付着して持ち込まれる洗浄剤が混合するために、次第にその組成はすすぎ温度において洗浄剤の分離した水相の組成に近づく。例えば、図1で説明すると、組成Mの洗浄剤が使用され、すすぎ液として水が使用された場合、物品に付着して持ち込まれる洗浄剤はすすぎの際に二相に分離する温度に昇温されるため、図1における組成Sの有機相と組成Wの水相に分離する。組成Wの水相はすす

50

(4)

特開平 8 - 7

5

ぎ液である水に溶解するために、すすぎ液の組成は長期の使用によって次第に組成wに近づくことになる。また、三成分系の洗浄剤を使用したときも同様である。即ち、図2に示すように、すすぎ温度において組成mの洗浄剤は組成sの有機相と組成wの水相に分離し、組成wの水相はすすぎ液である水に溶解するために、すすぎ液の組成は長期の使用によって次第に組成wに近づく。

【0018】したがって、すすぎ液として水を使用したときも、また、洗浄剤が二相に分離したときの水相の組成よりも水リッチである有機溶剤と水の混合液を使用したときも、定常状態では、すすぎ液の組成は洗浄剤が二相に分離したときの水相の組成と等しくなる。

【0019】一方、物品に付着してすすぎ工程に持ち込まれる洗浄剤のうち、二相に分離したときの有機相は、すすぎ液とは溶解せずに相分離している。洗浄工程において、物品に付着している油分は洗浄剤に溶解しているが、すすぎ工程において洗浄剤が二相に分離したときは、油分は有機相中に溶解している。したがって、すすぎ工程ですすぎ液から相分離している有機相を除去することにより、すすぎ液の油分による汚染を防止することができ、また、油分を容易に回収することができる。すすぎ液からの有機相の分離は、例えば、比重差を利用したオーバーフロー等の方法を好適に採用でき、連続的にまたは定期的に行えばよい。

【0020】本発明に用いる有機溶剤は被洗浄物に付着したまま乾燥されても被洗浄物に何ら影響を与えることなく、容易に乾燥除去されるため、すすぎ液に含まれていても何ら問題はない。従って、該洗浄剤が二相を形成する温度において、水または水と有機溶剤の混合液ですすぐことによって、多量の水を使う場合と同様の良好なすすぎ効果が得られる。

【0021】

【発明の効果】以上の説明により理解されるように、本発明において使用される洗浄剤は、引火性を有さないために、安全に使用することができる。従って、本発明に

6

よれば、洗浄剤として炭化水素系洗浄剤、アルコール系洗浄剤を用いた装置の様な防爆設備を必要としない。本発明によれば、すすぎの工程では汚染分を含んだ有機相はすすぎ液から容易に分離し、すすぎ液の油分による汚染を防止することになる。このため水系洗浄で問題になるすすぎ排水、高価な水処理設備を設置する必要がない。また、水系洗浄剤、アルコール系洗浄剤で油分を除去し、通常使用される溶剤蒸留回収装置も必要がない。

【0022】

【実施例】本発明を具体的に説明するために、以下にあげるが、本発明はこれら実施例に限定されない。

【0023】実施例および比較例

市販マシン油を50mm×80mm×1mmに約100mg/枚付着させたものをテストし、表1に示す組成の洗浄剤およびすすぎ液で洗浄とすすぎを行った。洗浄は、表1に示す洗浄剤中にテストピースを2分間浸漬することによって行った。また、すすぎは表1に示す温度のすすぎ液にテストピースを2分間撹動浸漬することによって行った。すすぎ後、テストピースを引き上げ、80℃乾燥後重量法で油分除去率を評価し、結果を表1に示した。

【0024】また、上記の洗浄およびすすぎ工程を200枚について繰り返した後、すすぎ液中に浮遊する有機相をオーバーフローにより除去し、すすぎ液中に溶解した油分をn-ヘキサン抽出した。結果を表1に示した。

【0025】さらに、洗浄剤とすすぎ液の引火点をJIS K-2265 原油及び石油製品試験方法に基づきクリーブランド式測定法で測定した。いずれも引火点を有していなかった。

【0026】

【表1】

(5)

特開平 8 - 7

7

8

【表 1】

	組成	純淨剤		すすぎ液		油除去率 %	すすぎ液中 の油分 %	備 考
		容積比	温度 °C	容積比	温度 °C			
実 施 例	1 EGB/A	10/60	45	10/90	70	93	0.02	
	2 EGB/A	55/45	55	10/90	70	93	0.03	
	3 EGB/A/IPA	35/55/10	50	10/80/10	70	91	0.01	
	4 DEGEA/A	50/50	50	30/70	80	88	0.02	
	5 DEGED/A	80/70	40	10/90	50	83	0.01	
	6 PGB/DPGM/A	35/35/30	40	20/35/45	80	97	0.01	
	7 PGB/DPGM/S	35/30/45	40	10/30/60	80	97	0.01	
	8 DPGDM/DPGM/A	35/25/40	50	20/25/55	80	95	0.01	
	9 DPGS/DPGM/A	35/35/30	50	15/35/50	80	97	0.01	
	10 EGB/A	55/45	55	0/100	80	98	0.01	
	11 PGB/DPGM/A	35/35/30	40	0/0/100	80	96	0.01	
	12 EGB/A	10/90	45	10/90	70	30	0.05	すすぎ液と油とが二相に分離する領域
	13 EGB/A	70/30	45	10/90	70	97	0.18	すすぎ液と油とが均一相を形成する領域
	14 PGB/DPGM/A	35/35/30	40	20/25/45	40	94	0.17	すすぎ液と油とが均一相を形成する領域
	15 DPGDM/DPGM/A	35/25/40	50	20/25/55	40	92	0.18	すすぎ液と油とが均一相を形成する領域

【0027】表中の略号の意味は下記のとおりである。

【0028】EGB : エチレングリコールモノブチルエーテル

DEGEA : ジエチレングリコールモノエチルエーテルアセテート

DEGED : ジエチレングリコールジエチルエーテル

PGB : プロピレングリコールモノブチルエーテル

DPGM : ジプロピレングリコールモノメチルエーテル

DPGDM : ジプロピレングリコールジメチルエーテル

DPGB : ジプロピレングリコールモノブチルエーテル

TPGM : トリプロピレングリコールモノメチルエーテル

IPA : イソプロピルアルコール

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、エチレングリコールモノn-ブチルエーテルと水との相平衡図である。

【図2】図2は、プロピレングリコールモノn-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテルおよび水の相平衡図である。

【符号の説明】

A : エチレングリコールモノn-ブチルエーテルが二相に分離する領域

B : エチレングリコールモノn-ブチルエーテルが均一相を形成する領域

M : エチレングリコールモノn-ブチルエーテル混合物組成

S : 組成Mの混合物が70°Cで二相に分離する機相組成

W : 組成Mの混合物が70°Cで二相に分離する相組成

曲線1 : 温度40°Cにおける相平衡曲線

曲線2 : 温度60°Cにおける相平衡曲線

曲線3 : 温度80°Cにおける相平衡曲線

m : プロピレングリコールモノn-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、水混合物組成

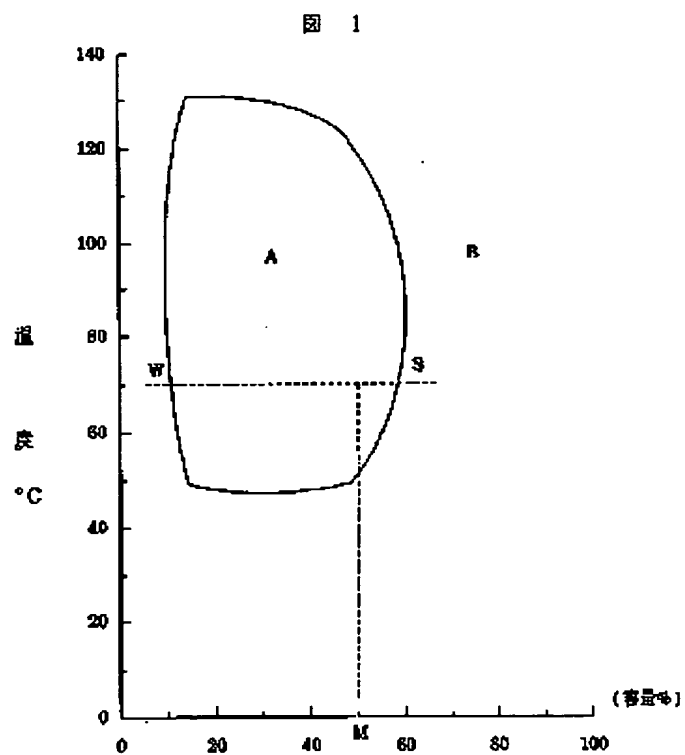
s : 組成mの混合物が60°Cで二相に分離する機相組成

w : 組成mの混合物が60°Cで二相に分離する相組成

(6)

特開平 8 - 7

【図 1】



【図 2】

